

1633/IFW

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: Estelle et al. Confirmation No.: 6494  
Serial No.: 10/599,909 Examiner: Unknown  
Filed: 10/13/2006 Group Art Unit: Unknown  
Title: COSMETIC COMPOSITION BASED ON CAPER FLOWER BUD EXTRACT

CERTIFICATE OF MAILING

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the U.S. Postal Service as first class mail in an envelope addressed to: Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on October 24, 2006.



Jeff Rothenberg  
Attorney for Applicant  
Reg. No. 26,429

Date of Signature: 10/24/06

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

COMMUNICATION

Dear Sir:

Enclosed herewith is a certified copy of French priority application no. 04.04152 for entry in the above-identified application.

Respectfully submitted,



Jeff Rothenberg  
Reg. No. 26,429  
Attorney for Applicant

Dated: 10/24/06

Heslin Rothenberg Farley & Mesiti P.C.  
5 Columbia Circle  
Albany, New York 12203  
Tel: 518-452-5600  
Fax: 518-452-5579  
E-mail: jr@hrfmlaw.com

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le - 4 SEP. 2006

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



26 bis, rue de Saint Pétersbourg - 75800 Paris Cedex 08

Pour vous informer : INPI DIRECT

☎ N° Indigo 0 825 83 85 87

0,15 € TTC/mn

Télécopie : 33 (0)1 53 04 52 65

Réservé à l'INPI

# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*04

### REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 1/2



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

09 540 @ W / 030103

REMISE <b>16 AVRIL 2004</b> DATE <b>69 INPI LYON</b> LIEU  N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI <b>16 AVR. 2004</b>  <b>Vos références pour ce dossier</b> (facultatif) G52-B-21244 FR		<b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE  CABINET LAURENT & CHARRAS 20 Rue Louis Chirpaz B.P. 32 69131 ECULLY Cédex	
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b>		<input checked="" type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie	
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b> Demande de brevet Demande de certificat d'utilité Demande divisionnaire  <i>Demande de brevet initiale</i> <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i> Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b> <input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>  N° _____ Date _____ N° _____ Date _____ <input type="checkbox"/> N° _____ Date _____	
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b> COMPOSITION COSMETIQUE A BASE D'EXTRAIT DE BOUTONS FLORAUX DE CAPRIER			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ</b> <b>OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE</b> <b>LA DATE DE DÉPÔT D'UNE</b> <b>DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)</b>		<input checked="" type="checkbox"/> <b>Personne morale</b> <input type="checkbox"/> <b>Personne physique</b>	
Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique N° SIREN Code APE-NAF  Domicile ou siège Nationalité N° de téléphone (facultatif) Adresse électronique (facultatif)		GATTEFOSSE S.A.S.  Société par Actions Simplifiée 3 8 9 5 8 6 9 0 0 36 Chemin de Genas 6 9 8 0 0 SAINT PRIEST France Française N° de télécopie (facultatif) <input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	

Remplir impérativement la 2<sup>ème</sup> page



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 2/2

BR2

REMISE EN DÉLIVRANCE	16 AVRIL 2004
DATE	69 INPI LYON
LIEU	0404152
N° D'ENREGISTREMENT	
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI	

DB 540 W / 191203

<b>6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)</b> Nom Prénom Cabinet ou Société  Nationalité N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel  Adresse Rue Code postal et ville Pays N° de téléphone (facultatif) N° de télécopie (facultatif) Adresse électronique (facultatif)		VUILLERMOZ Bruno CABINET LAURENT & CHARRAS  Française 92-2047  20 Rue Louis Chirpaz B.P. 32 16 9 1 3 1 ECULLY Cédex France 04.78.33.16.60 04.78.33.13.82
<b>7 INVENTEUR (S)</b> Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		<b>Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques</b> <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b> Établissement immédiat ou établissement différé		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation) <input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Choix à faire obligatoirement au dépôt (cf. Notice explicative Rubrique 8)
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG
<b>10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS</b> Le support électronique de données est joint La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe		<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes		
<b>11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>  Bruno VUILLERMOZ, Mandataire		<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b> 

COMPOSITION COSMETIQUE A BASE D'EXTRAIT DE BOUTONS  
FLORAUX DE CAPRIER

- 5 L'invention concerne un extrait de bouton floral de câprier. Elle se rapporte également à une composition cosmétique comprenant ledit extrait.

Le document "*Isolation and identification of an anti-inflammatory principle from Capparis spinosa*", Department of Pharmacognosy, College of Pharmacy, King Saud  
10 University, Riyadh, Saudi Arabia, Pharmazie 43 (1988), H.9 met en évidence les propriétés anti-inflammatoires que présentent les feuilles de câpriers. Cette propriété est en effet démontrée sur des oedèmes de rats à partir d'un extrait alcoolique de feuilles séchées de *Capparis spinosa*. Les molécules identifiées comme conférant cette activité anti-inflammatoire sont désignées Cappaprenol-12, Cappaprenol-13 et Cappaprenol-14.

15 Le document "*Anti-inflammatory activity of some Saudi Arabian medicinal plants*", College of Pharmacy, King Saud University, Riyadh, Saudi Arabia, Agents and Actions, vol. 17, 3/4 (1985) propose pour le traitement du rhumatisme ou de l'arthrite, l'utilisation d'un extrait éthanolique de câpriers, en particulier *Capparis decidua* ou d'un extrait  
20 aqueux obtenu à partir de *Capparis spinosa*. Dans ce document, ce sont les parties aériennes de la plante qui sont utilisées.

A la différence des extraits alcooliques, les extraits aqueux ne contiennent pas de cappaprenol et sont par conséquent moins actifs. Toutefois, les extraits alcooliques  
25 présentent l'inconvénient de contenir une part importante de molécules indésirables (glucosinolates), qui après hydrolyse enzymatique, donnent des molécules du type D-glucose, ions sulfates, et composés sulfurés et/ou nitrozilés comme les thiocyanates, les isothiocyanates, les oxazolidinethiones, conférant à l'extrait une odeur piquante. En d'autres termes, les extraits proposés dans ces documents sont incompatibles avec une  
30 application cosmétique.

Le problème que se propose donc de résoudre l'invention est de développer des extraits qui ne présentent pas ces inconvénients.

Le Demandeur a constaté que des extraits non pas de feuilles, mais des boutons floraux correspondant aux câpres proprement dits, lorsqu'ils étaient obtenus par extraction par fluide supercritique présentaient des concentrations en cappaprénols supérieures et en glucosinates inférieures par rapport à des extraits obtenus par macération. Les extraits ainsi obtenus peuvent donc être utilisés en cosmétique. Des compositions cosmétiques contenant cet extrait ont montré, qu'appliquées par voie topique, elles présentaient des propriétés apaisantes et hydratantes particulièrement intéressantes.

En conséquence, l'invention concerne un extrait de boutons floraux de câprier susceptible d'être obtenu par extraction par fluide supercritique.

Dans un mode de réalisation préféré, les boutons floraux sont issus de l'espèce *Capparis spinosa*.

L'extrait obtenu comprend notamment les cappaprenol-12, cappaprenol-13 et cappaprenol-14 mais également des acides gras tels que l'acide palmitique, l'acide oléique, l'acide linoléique et l'acide linoléique.

L'extraction par fluide supercritique mise en œuvre dans la présente invention est précisément décrite dans le document EP-A-1 222 00, incorporé par référence. En pratique, le fluide supercritique comprend du CO<sub>2</sub> et au moins un cosolvant. Le cosolvant peut être n'importe quel solvant d'extraction utilisé en cosmétique. Il peut s'agir notamment d'alcool, de certaines huiles naturelles ou synthétisées, de matières grasses telles que listées par la suite. Néanmoins, il apparaît que l'utilisation en tant que cosolvant de matière grasse en lieu et place de l'alcool donne de meilleurs résultats en terme de quantité de cappaprénol et d'acides gras naturels extraits, et de stabilité dudit extrait.

Le Demandeur a constaté que de manière particulièrement surprenante, l'utilisation de myristate de 2-octyldodécyle (MOD), en tant que co-solvant, était particulièrement avantageuse.

En pratique, le rapport co-solvant/câpre est compris entre 0.5 et 10, préférentiellement 1.75.



Dans un mode de réalisation préféré, avant l'extraction proprement dite, les boutons floraux frais sont séchés ou lyophilisés. Lorsqu'ils sont séchés, le séchage est effectué avantageusement par air chaud, à pression atmosphérique, à une température comprise entre 25 et 90°C, préférentiellement 60°C, de manière à obtenir un taux d'humidité résiduelle inférieur à 10%.

Les câpres séchées ou lyophilisées sont ensuite réduites en poudre par un broyage mécanique, avantageusement un cryobroyage. Les câpres broyées sont ensuite éventuellement réhydratées par une quantité d'eau appropriée avant l'étape d'extraction.

10 Le taux d'humidité résiduelle des câpres réhydratées est en pratique compris entre 10 et 40%, avantageusement égal à 20%.

L'extraction proprement dite est conduite à une température comprise entre 30 et 90°C, avantageusement égale à 50°C, à une pression comprise entre 73 et 350 bars, avantageusement, 290 bars, pendant une durée de 0.5 à 10 heures, avantageusement 5 heures.

L'extrait brut ainsi obtenu est ensuite traité par décantation pour éliminer l'eau résiduelle puis filtré, en pratique sur plaque de cellulose.

20 L'invention concerne également une composition cosmétique comprenant un extrait de boutons floraux de câprier précédemment décrit.

En pratique, l'extrait représente entre 0.1 et 10% en poids de la composition, avantageusement entre 0.3 et 3% en poids.

La composition cosmétique de l'invention est en général appliquée par voie topique et est utilisée pour ses propriétés apaisante et hydratante. Elle présente en outre des qualités de pénétration, de souplesse et de douceur particulièrement appréciées.

30 La composition selon l'invention peut se présenter sous toutes les formes galéniques normalement utilisées pour une application topique sur la peau ou les cheveux, notamment sous forme d'une solution aqueuse, d'une émulsion huile-dans-eau ou eau-dans-huile ou multiple, d'une émulsion siliconée, d'une microémulsion ou nanoémulsion,

35 d'un gel aqueux.

Cette composition peut être plus ou moins fluide et avoir l'aspect entre autre d'une crème blanche ou colorée, d'une pommade, d'un lait, d'une lotion, d'un sérum, d'un gel.

- 5 La composition de l'invention peut contenir les adjuvants habituels dans les domaines cosmétique et dermatologique, tels que les matières grasses, les émulsionnants et co-émulsionnants, les gélifiants hydrophiles ou lipophiles, les actifs hydrophiles ou lipophiles, les conservateurs, les antioxydants, les solvants, les parfums, les charges, les filtres hydrophiles et lipophiles, les matières colorantes, les neutralisants, les agents  
10 propénétrants, et les polymères.

Les quantités de ces différents adjuvants sont celles classiquement utilisées dans les domaines considérés, et par exemple de 0.01 à 30% du poids total de la composition. Ces adjuvants, selon leur nature, peuvent être introduits dans la phase grasse ou dans la phase  
15 aqueuse.

Comme matières grasses utilisables dans l'invention, on peut utiliser les huiles minérale, les huiles d'origine animale (lanoline), les huiles végétales, les huiles de synthèse (isopropyl myristate, octyldodecyl, isostearyl isostearate, decyl oleate, isopropyl  
20 palmitate), les huiles siliconées (cyclomethicone, dimethicone) et les huiles fluorées. On peut utiliser comme matières grasses des alcools gras, des acides gras, des cires et des gommes et en particulier les gommes et élastomères de silicone.

Comme émulsionnants et coémulsionnants utilisables dans l'invention, on peut citer par  
25 exemple les esters de polyglycérols et d'acide gras, les esters de sucrose et d'acide gras, les esters de sorbitane et d'acide gras, les esters d'acide gras et de sorbitane oxyéthylénés, les éthers d'alcool gras et de PEG, les esters de glycérol et d'acide gras, les alkyl sulfates, les alkyl ether sulfates, les alkyl phosphates, les alkyl polyglucosides, les dimethicone copolyols.

30 Comme gélifiants hydrophiles, on peut citer en particulier les polymères carboxyvinyles (carbomer), les copolymères acryliques tels que les copolymères d'acrylates/alkylacrylates, les polyacrylamides, les polysaccharides tels que la gomme xanthane, la gomme guar, les gommes naturelles telles que la gomme de cellulose et  
35 dérivés, les argiles et les copolymères d'acide 2-acrylamido-2-méthylpropane.

Comme gélifiants lipophiles, on peut citer les argiles modifiées comme les bentones, les sels métalliques d'acides gras, la silice hydrophobe et l'éthylcellulose.

- 5 La composition cosmétique peut également contenir d'autres actifs. Comme actifs, on peut utiliser notamment les dépigmentants, les émoullients, les hydratants, les anti-séborrhéiques, les anti-acnéiques, les agents kératolytiques et/ou desquamants, les agents anti-rides et tenseurs, les agents drainants, les agents anti-irritants, les agents apaisants, les amincissants tels que les bases xanthiques (caféine), les vitamines et leurs mélanges,
- 10 les agents matifiants, les actifs anti-âge tel que le retinol, les agents anti-rides, et les huiles essentielles.

- En cas d'incompatibilité entre eux ou avec l'extrait de bouton floral de câprier, les actifs indiqués ci-dessus et/ou l'extrait de bouton floral peuvent être incorporés dans des
- 15 sphérules, notamment des vésicules ioniques ou non-ioniques et/ou des micro ou nanoparticules (micro/nanocapsules et/ou micro/nanosphères), de manière à les isoler les uns des autres dans la composition.

- Comme conservateurs utilisables selon l'invention, on peut citer l'acide benzoïque, ses sels et ses esters ; l'acide sorbique et ses sels ; les parabens, leurs sels et esters ; le triclosan ; l'imidazolidinyl urée ; le phenoxyethanol ; la DMDM hydantoïne ; le diazolidinyl urée ; la chlorphenesin.
- 20

- Comme antioxydants utilisables selon l'invention, on peut citer les agents chélatants tels que l'EDTA et ses sels.
- 25

Comme solvants utilisables selon l'invention, on peut citer l'eau, l'éthanol, la glycérine, le propylène glycol, le butylène glycol, le sorbitol.

- 30 Comme charges utilisables selon l'invention, on peut citer le talc, le kaolin, le mica, la serecité, le magnésium carbonate, l'aluminium silicate, le magnésium silicate, les poudres organiques telles que le nylon.

Comme filtres utilisables selon l'invention, on peut citer les filtres UVA et UVB classiquement utilisés tels que la benzophenone-3, le butyl methoxydibenzoyl methane, l'octocrylène, l'octyl methoxycinnamate, le 4-methylbenzylidene camphor, l'octyl salicylate, le tacephthalydene dicamphor sulfanic acid, et le drométrizole trisiloxane. On citera également les filtres physiques TiO<sub>2</sub> et ZnO sous leurs formes micrométriques et nanométriques.

Comme matières colorantes utilisables selon l'invention, on peut citer les colorants lipophiles, les colorants hydrophiles, les pigments et les nacres habituellement utilisés dans les compositions cosmétiques ou dermatologiques, et leurs mélanges.

Comme neutralisants utilisables selon l'invention, on peut citer la soude, la triethanolamine, l'aminomethyl propanol, l'hydroxyde de potassium.

Comme agents propénétrants utilisables selon l'invention, on peut citer les alcools et glycols (éthanol, propylène glycol), l'éthoxydiglycol, les alcools et acides gras (acide oléique), les esters d'acides gras, le dimethyl isosorbide.

La composition selon l'invention peut être utilisée comme produit de soin, comme produit de nettoyage, et/ou comme produit de maquillage de la peau, comme produit de protection solaire, ou comme produit capillaire, par exemple comme shampooing ou après shampooing.

L'invention et les avantages qui en découlent ressortiront mieux des exemples de réalisation suivants.

Les figures 1 et 2 représentent les pourcentages moyens d'amélioration des critères d'efficacité évalués cliniquement par un dermatologue (figure 1) ou par auto-évaluation (figure 2).

## 5 EXEMPLE 1 : Procédé d'extraction

L'extrait de câpres est obtenu à partir de boutons floraux de câprier appartenant à l'espèce *Capparis spinosa*.

- 10 Avant l'étape d'extraction, les câpres fraîches sont séchées par courant d'air chaud, à une température de l'ordre de 60°C de manière à obtenir un taux d'humidité résiduelle dans les câpres inférieur à 10%. Les câpres séchées sont ensuite réduites en poudre par cryobroyage. Les câpres broyées sont ensuite réhydratées par une quantité d'eau appropriée avant l'étape d'extraction. L'humidification de la plante permet d'obtenir un
- 15 meilleur pouvoir d'extraction par CO<sub>2</sub> supercritique. Le taux d'humidité résiduelle des câpres réhydratées est de l'ordre de 20%.

L'extraction proprement dite est réalisée par un fluide supercritique constitué de CO<sub>2</sub> en présence de MOD comme co-solvant.

20

Les conditions opératoires sont les suivantes :

- rapport MOD/câpres : 1.75
  - température : 50°C
  - pression : 290 bars
- 25 - durée : 5h

L'extrait brut est ensuite traité par une décantation pour éliminer l'eau résiduelle puis filtré sur plaques en cellulose jusqu'à 5 µm.

30

35

**EXEMPLE 2 : Comparaison du pouvoir extractif du MOD en fonction de la technique d'extraction**

5

	MOD CO <sub>2</sub> supercritique	MOD micro-ondes	MOD chauffage classique
Cappaprénols (mg/100g d'extrait)	42.0	9.0	6.4

Remarque : pour les 3 techniques la température d'extraction est identique (50°C).

La technique d'extraction par CO<sub>2</sub> supercritique permet d'obtenir un extrait de câpres 4.7  
10 fois plus concentré que l'extrait obtenu par micro-ondes, et, 6.6 fois plus concentré que  
l'extrait obtenu par macération à chaud classique.

**EXEMPLE 3 : Comparaison du pouvoir extractif du MOD et de l'éthanol associés au CO<sub>2</sub> supercritique**

15

	Ethanol	MOD
Cappaprénols (mg/100g d'extrait)	15.0	42.0
Cappaprénols (mg/100g de câpres poids sec)	10.8	32.7

Pour des conditions opératoires identiques, hormis la nature du co-solvant, l'extraction  
par CO<sub>2</sub> supercritique avec le MOD comme co-solvant permet d'extraire 3 fois plus de  
cappaprénols que la même extraction par CO<sub>2</sub> supercritique avec l'éthanol comme co-  
20 solvant.

**EXEMPLE 4 : Stabilité d'un extrait obtenu dans du MOD ou de l'éthanol associés au CO<sub>2</sub> supercritique**

25 Le suivi de stabilité a été réalisé sur des échantillons dans lesquels aucun conservateur  
et/ou additif n'ont été introduit.

Date de l'analyse	Température de conservation	Ethanol Teneur en Cappaprénols (mg/100g d'extrait)	MOD Teneur en Cappaprénols (mg/100g d'extrait)
J <sub>0</sub> (Jour de l'extraction)	Température ambiante (T.A.)	3,7	21
J <sub>0</sub> + 30 jours	4°C	3	17,8
	T.A.	3	21
	40°C	2,8	15,3
J <sub>0</sub> + 60 jours	4°C	0,7	17,6
	T.A.	0,6	19
	40°C	traces	14,8

Pour des conditions de conservation identiques, le MOD est un milieu dans lequel les cappaprénols sont beaucoup plus stables que dans l'éthanol.

5

**EXEMPLE 5 : Solubilité des glucosinates dans l'eau, l'alcool le MOD**

	MOD	Eau	alcool
glucosinate	insoluble	Soluble	peu soluble

L'insolubilité des glucosinates dans le MOD permet d'obtenir des extraits exempts des produits d'hydrolyse de cette molécule, dont l'odeur est piquante et donc proscrit en cosmétique

10

**EXEMPLE 6 : Test de l'efficacité d'une crème à base d'extrait de l'invention *in vivo* sur un panel de 20 volontaires ayant la peau sensible**

15

Il s'agit d'évaluer, dans les conditions d'usage, l'efficacité et l'acceptabilité cosmétique d'une crème protectrice apaisante contenant 2 % d'extrait de bouton floral de *Capparis Spinosa*.

Les panélistes, sont au nombre de 20 et présentent une peau sensible, réactive, sujette aux sensations d'inconfort, et des rougeurs diffuses. Le produit est appliqué deux fois par jour durant 28 jours.

5 Trois séries de résultats sont présentées :

- Évaluation clinique à T0 puis à T4 semaines, par le dermatologue, des critères d'efficacité revendiqués sur une échelle analogique en 10 points de 0 à 9, (plus l'état du paramètre est considéré comme bon plus la note se rapproche de 9)
- Auto-évaluation à T0 et à T4 semaines par le volontaire selon le même protocole que précédemment.
- Réponses des sujets a un questionnaire d'acceptabilité à T4 semaines.

10

L'analyse statistique des résultats est effectuée, les données significatives sont identifiées : (\*) amélioration significative  $p < 5 \%$ .

15

Question	<u>Pourcentage de satisfaction</u>
La texture est confortable	70%
Le produit pénètre rapidement	75%
La peau est plus hydratée	85%
La peau est plus confortable	60%
La peau est apaisée	75%
La peau est souple	80%
La peau est douce	95%
Les rougeurs sont atténuées	65%
La peau est mieux protégée	75%
La peau est moins réactive	75%
Les sensations d'inconfort sont atténuées	75%
Les sensations de tiraillement sont atténuées	90%

Les figures 1 et 2 représentent les pourcentages moyens d'amélioration des critères d'efficacité évalués cliniquement par un dermatologue (figure 1) ou par auto-évaluation (figure 2).



**EXEMPLE 7 : Formulations**

Exemple de formulation 1

Lait corporel minceur apaisant

5

Composition	Quantité (%)
PEG-6 Stearate, Ceteth-20, Steareth-20	8.0
Propylene Glycol Dipelargonate	10.0
Acide stéarique	1.0
Huile de ricin hydrogénée	1.0
Huile de noyau	3.0
Diméthicone	2.0
Acétate de Tocophérol	0.5
Polydecène	3.0
Cyclométhicone	3.0
Conservateur	1.0
Carbomer	0.15
Gomme xanthane	0.3
Alcool	5.0
Glycérine	3.0
Hydroxyde de sodium (10% solution)	0.3
Extrait de microtea debilis	3.0
Extrait de bouton floral de capparispinosa	1.5
Acide Ascorbique	0.05
Parfum	0.4
Eau	Qsp 100

Exemple de formulation 2

Crème de soin anti-age

10

Composition	Quantité (%)
Conservateur	1
Carbomer	0.4
Glycérine	3
Gomme xanthane	0.1
Polysorbate-60	0.9
Glyceryl Stearate, PEG-100 Stearate	2.1
Alcool Cétyle	2.6
Huile de Paraffine	7.5
Isopropyl Myristate	7.5
Ethoxydiglycol	5
Extrait de bouton floral de capparispinosa	1
Palmitate de Vitamine A	0.5
Parfum	0.2
Eau	qsp 100
Triethanolamine	0.3

## Exemple de formulation 3

## Crème riche E/H

Composition	Quantité (%)
Glycérine	3
Conservateur	1
Sulfate de Magnesium	0.7
Cetyl Dimethicone Copolyol	2.5
Isohexadecane	5
Caprylic/Capric Triglyceride	5
Dimethicone	5
Alcool	5
Extrait de bouton floral de capparispinosa	2
Parfum	0.1
Eau	Qsp 100

## 5 Exemple de formulation 4

## Microémulsion peaux sensibles

Composition	Quantité (%)
PEG-8 Caprylic/Capric Glycerides	13.33
Polyglyceryl-6 Dioleate	8.67
Isostearyl Isostearate	4
Cyclomethicone	2.3
Diisopropyl Adipate	1.6
Octyldodecanol	2
PPG-5 Ceteth-20	2
Conservateur	0.4
Ethoxydiglycol	2
Extrait de bouton floral de capparispinosa	1
Eau	Qsp 100

## 10 Exemple de formulation 5

## Emulsion multiple W/O/W

Composition	Quantité (%)
PEG-30 Dipolyhydroxystearate	2.4
Isohexadecane	9
PPG-15 Stearyl Ether	4.5
Caprylic/Capric Triglyceride	4.5
Sulfate de Magnesium	0.82
Conservateur	1.2
Extrait de bouton floral de capparispinosa	2
Poloxamer 407	2
Glycérine	3
Gomme xanthane	0.7
Parfum	0.2
Eau	Qsp 100

## Exemple de formulation 6

## 5 Spray solaire avec filtres chimiques

Composition	Quantité (%)
Glyceryl Stearate, Ceteareth-20, Ceteareth-12, Cetearyl Alcohol, Cetyl Palmitate	5
Ceteareth-20	2
Caprylic/Capric Triglyceride	5
Squalane	3
C12/C15 Alkyl Benzoate	4
Octyl Methoxycinnamate	5
Butyl Methoxydibenzoylmethane	2
Conservateur	1
Eau	Qsp 100
Glycérine	5
Bisabolol	0.3
Extrait de bouton floral de capparispinosa	1

## Exemple de formulation 7

## 10 Crème solaire haut SPF

Composition	Quantité (%)
DEA Cetyl Phosphate	2
Glyceryl Stearate, PEG-100 Stearate	4
Cire d'abeille	2
Octyl Methoxycinnamate	7
Butyl Methoxydibenzoylmethane	2
Polysilicone-15, Methyl Alcohol, Alcohol	2
Benzophenone-3	1
Dioxyde de Titane	3
C12/C15 Alkyl Benzoate	3
Cyclomethicone	2
Acetate de Tocopherol	0.5
EDTA	0.1
Acrylates/C10-30 Alkyl Acrylates Crosspolymer	0.2
Gomme xanthane	0.3
Conservateur	1
Butylène Glycol	3
Extrait de bouton floral de capparispinosa	1
Hydroxyde de Sodium (solution 10%)	0.4
Parfum	0.3
Eau	Qsp 100

## Exemple de formulation 8

## Crème solaire enfants

Composition	Quantité (%)
Tribehenin PEG-20 Esters	2.5
PEG-6 Stearate, Ceteth-20, Steareth-20	3.5
Octyldodecyl Myristate	4
Cyclomethicone	4
Conservateur	0.7
Glycérine	3
Eau	Qsp 100
Gomme xanthane, Hectorite, Cellulose	0.5
Oxyde de Zinc	3
Dioxyde de Titane	5
Extrait de bouton floral de capparispinosa	1

5

## Exemple de formulation 9

## Fond de teint

Composition	Quantité (%)
Glyceryl Stearate, Propylene Glycol Stearate, Glyceryl Isostearate, Propylene Glycol Isostearate, Oleth-25, Ceteth-25	5
Glyceryl Dibehenate, Tribehenin, Glyceryl Behenate	1
Ethoxydiglycol Oleate	7.5
Isostearyl Isostearate	5
Alcool Cétostéarylique	2
Dimethicone	5
Acetate de Tocopherol	0.5
Conservateur	0.6
Gomme xanthane	0.4
Microcrystalline Cellulose, Cellulose Gum	1.5
Dioxyde de Titane	6.6
Iron Oxides (Yellow pigment)	1.55
Iron Oxides (Red Pigment)	0.43
Iron Oxides (Black pigment)	0.11
Ethoxydiglycol Oleate	2.5
Dimethicone, Dimethiconol	3
Alcool	5
Extrait de bouton floral de capparispinosa	2
Eau	Qsp 100

10

## Exemple de formulation 10

## Shampooing

Composition	Quantité (%)
Acrylates Copolymer	1.5
Sodium Lauryl Sulfate	5
Sodium Laureth Sulfate	4
Cocamidopropyl Betaine	1.5
Polyquaternium-10	0.25
DMDM Hydantoin	0.3
Hydroxyde de Sodium (20% solution)	1.3
Citric Acid (50% solution)	0.7
Extrait de bouton floral de capparispinosa	0.5
Parfum	0.5
Chlorure de Sodium	0.5
Eau	Qsp 100

## 5 Exemple de formulation 11

## Stick apaisant

Composition	Quantité (%)
Isostearyl Isostearate, Ozokerite, Castor (ricinus Communis) Oil, Hydrogenated Palm Kernel Glycerides, Propylene Glycol Dipelargonate, Polyglyceryl-2 Sesquiisostearate, Polyglyceryl-2 Sesquisteate, PEG-8 Beeswax, Phenyl Trimethicone, Propylene Glycol Isostearate, Cetyl Lactate, Hydrogenated Palm Glycerides	96.2
Mineral Oil, Vegetable Oil, Aloe Extract	1
Extrait de bouton floral de capparispinosa	1
Mica, Titanium Dioxide	1.5
Parfum	0.3

## Exemple de formulation 12

## 10 Crème protectrice apaisante

Composition	Quantité (%)
Cetyl Alcohol, Glyceryl Stearate, PEG-75 Stearate, Ceteth-20, Steareth-20	6
Octyldodecyl Myristate	5
Cyclomethicone	4
Conservateur	0.7
Eau	Qsp 100
Carbomer	0.15
Gomme xanthane	0.3
Glycérine	3
Aminomethyl Propanol	0.15
Aluminium Starch Octenyl Succinate	4
Extrait de bouton floral de capparispinosa	2

## Exemple de formulation 13

## 5 Démaquillant yeux et visage

Composition	Quantité (%)
Eau	Qsp 100
Acrylate/C10-30 Alkyl Acrylate Crosspolymer	0.25
Gomme xanthane	0.2
Hydroxyde de sodium	0.5
Water, Glycerin, Oat (Avena Sativa) Extract	2
Conservateur	0.3
Isopropyl Palmitate	2
Huile minérale	5
Cyclomethicone	2.5
Caprylic/Capric Triglyceride	3.5
Isostearyl Alcohol, Butylene Glycol Cocoate, Ethylcellulose	4
Extrait de bouton floral de capparispinosa	1

## Exemple de formulation 14

## 10 Tonique protecteur

Composition	Quantité (%)
Eau	Qsp 100
Butylène Glycol	3
Glycérine	3
Conservateur	0.3
Sodium PCA	1
Extrait de Smithsonite	2.5
CI 42090	0.03
CI 19140	0.03
Parfum	0.2
Extrait de bouton floral de capparispinosa	0.5
PEG-40 Hydrogenated Castor Oil, Polysorbate 20, Octoxynol-11	1.2

## Exemple de formulation 15

## Gel moussant

Composition	Quantité (%)
Eau	Qsp 100
Acrylate/C10-30 Alkyl Acrylate Crosspolymer	0.7
Hydroxyde de sodium	0.2
PEG-2 Stearate	1.5
Sodium Laureth Sulfate	10
PEG-150 Distearate	0.5
Ethoxydiglycol Oleate	3
Cocamidopropyl Betaine	3
Decyl Glucoside	4
Styrene/PVP Copolymer	1
Hydroxyde de sodium	1.2
Parfum	0.5
Conservateur	0.5
Extrait de bouton floral de capparispinosa	0.5

## 5 Exemple de formulation 16

## Crème anti-âge

Composition	Quantité (%)
Eau	Qsp 100
Carbomer	0.25
Gomme xanthane	0.2
Dimethicone	4
Octyl Methoxycinnamate	5
Benzophenone-3	1
Ethoxydiglycol Oleate	6
Tocopheryl Acetate	0.5
Alcool Cétyle	2.5
Alcool stéarylique	2.5
Propylene Glycol, Ethylcellulose, Propylene Glycol Isostearate	6
Aluminium Starch Octenyl Succinate	4
Glycérine	2
Butylène Glycol	2
Dimethicone, Dimethiconol	2
Extrait de Fagus Salvatica	2
Extrait de bouton floral de capparispinosa	1
CI 15985	0.4
Conservateur	0.4
Parfum	0.15
Aminométhyl Propanol	0.28

## Exemple de formulation 17

## Crème apaisante

Composition	Quantité (%)
Glyceryl Stearate, Propylene Glycol Stearate, Glyceryl Isostearate, Propylene Glycol Isostearate, Oleth-25, Ceteth-25	5
Glyceryl Dibehenate, Tribehenin, Glyceryl Behenate	1
Cyclomethicone	5
Myreth-3 Myristate	2
Phenoxyethanol, Methylparaben, Butylparaben, Ethylparaben, Propylparaben	0.5
C10-30 Cholesterol/Lanosterol Esters	2
Alcool cétostéarylique	3
Isopropyl Jojobate, Jojoba Alcohol	3
Acide stéarique	1.5
Huile de graines de Colza hydrogénée	2
Acinidia Chinensis (Kiwi) Fruit Water	Qsp 100
Cetearyl Octanoate	5
Acetate de Tocopherol	1
Glycérine	8
Acrylates Copolymer	0.9
Polyacrylamide, Isoparaffin, Laureth-7	0.7
Hydroxyde de sodium	0.25
Pilewort Extract	0.2
Extrait de bouton floral de capparispinosa	3
Parfum	0.2

## 5 Exemple de formulation 18

## Crème de soins Bébé

Composition	Quantité (%)
Polyglyceryl-3 Diisostearate	5
Mineral Oil, Apricot (Prunus Armeniaca) Kernel Oil, Matricaria (Chamomilla Recutita) Extract	2
Huile d'amande douce	2
Huile minérale	15
Extrait de bouton floral de capparispinosa	1
Oxyde de Zinc	10
Caprylic/Capric Triglycerides, Tocopherol, Propyl Gallate, Citric Acid	0.04
Phenoxyethanol, Methylparaben, Butylparaben, Ethylparaben, Propylparaben	0.4
Eau	Qsp 100
Glycérine	5
Chlorure de sodium	0.5
Sulfate de Magnésium	0.5
Allantoïne	0.1



## Exemple de formulation 19

## Huile de soin

Composition	Quantité (%)
Caprylic/Capric Triglyceride	40
Propylene Glycol Dipelargonate	25
Huile d'avocat douce	2
Huile minérale	20
Vitamine E acetate	0.5
Extrait de bouton floral de capparispinosa	1.5
Parfum	1

5

## Exemple de formulation 20

## Huile amincissante

Composition	Quantité (%)
Caprylic/Capric Triglyceride	30
Octyl dodecyl myristate	20
Propylene Glycol Dipelargonate	30
Cyclomethicone	16.95
Extrait de microtea debilis	0.05
Extrait de bouton floral de capparispinosa	2
Parfum	1

10

## Exemple de formulation 21

## Fond de teint solide

Composition	Quantité (%)
Polyglyceryl-3 Diisostearate	2.5
Huile de ricin hydrogénée	0.5
Polydecene	7
Conservateur	1
Ethoxydiglycol Oleate	4.5
Titanium dioxide	7.5
Iron oxides	2.6
Eau	qsp 100
Sodium chloride	0.25
Magnesium sulphate	0.25
Ethoxydiglycol Behenate	7
Glyceryl Dibehenate + Tribehenin + Glyceryl Behenate	8
Cyclomethicone	21
Poudre d'amidon	12
Extrait de bouton floral de capparispinosa	4
Parfum	0.2

15

20

## Exemple de formulation 22

Huile démaquillante

	Palmitate d'isopropyle	30
5	Propylène Glycol Dipelargonate	30
	Cyclomethicone	15
	POE oleyl alcohol ether	10
	Extrait de bouton floral de capparispinosa	5

10

## Exemple de formulation 23

Mousse de rasage

	Formulation:	
15	Acide stéarique	4.5
	Coconut oil fatty acid	1.5
	Monostéarate de glycerol	5
	Glycérine	10
	Triethanolamine	4
20	Extrait de bouton floral de capparispinosa	0.5
	Eau	qsp 100

Gaz de propulsion: azote

25

## Exemple de formulation 24

Gommage au sucre

	PEG-8 Beeswax	8.5
30	Cetyl alcool + Ceteth-20 + Steareth-20	2
	Glyceryl Dibehenate + Tribehenin + Glyceryl behenate	2.5
	Huile de ricin hydrogénée	1
	Cetyl dimethicone	2.5
	Cyclomethicone	4
35	Caprylic/Capric Triglyceride PEG-4 esters	6
	Propylène Glycol Dipelargonate	4
	Ethoxydiglycol Oleate	3
	Acetate de Vitamine E	0.5
	Octyl dodecyl myristate	3
40	Conservateur	1
	Glycerin	14.5
	Butylene Glycol	13
	Eau	qsp 100
	NaCl	6.5
45	Polyacrylamide + Isoparaffin + Laureth-7	2.5
	Extrait de bouton floral de capparispinosa	1
	Parfume	0.5
	Sucre	22

## Exemple de formulation 25

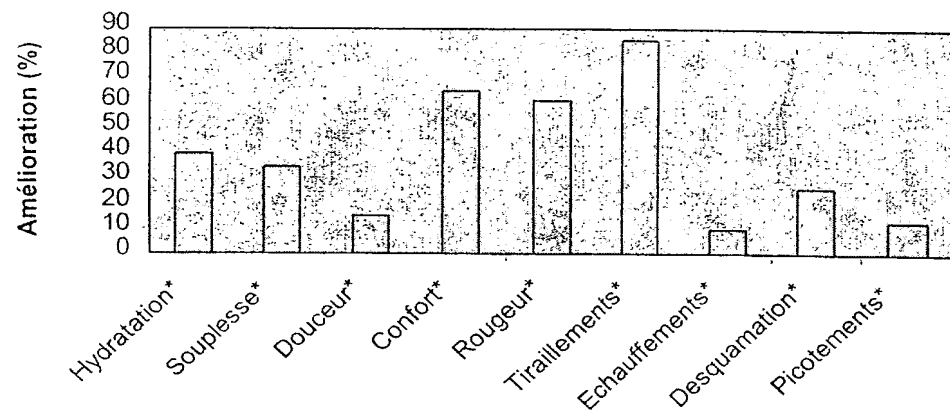
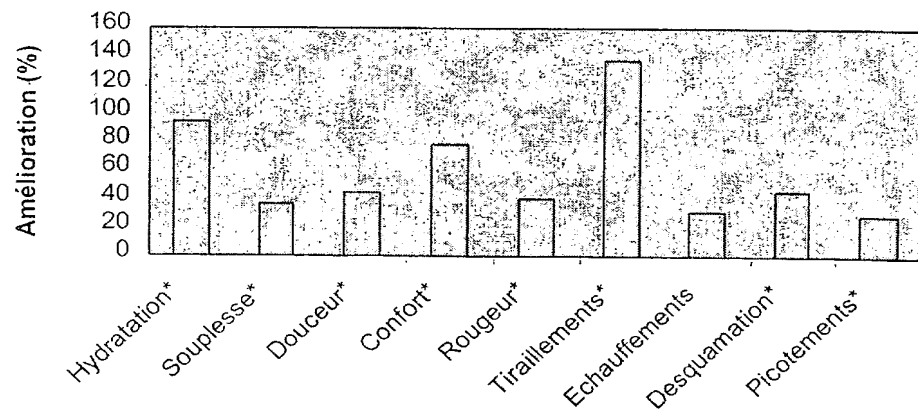
Crème apaisante anti-repousse poils

5	Tribehenin PEG-20 Esters	6
	Octyl dodecyl myristate	5
	Squalane	5
	Octyl palmitate	2
	Huile d'abricot	2
10	Isostearate d'isostearyle	3
	PDMS crosspolymère	2
	Conservateur	1
	Eau	qsp 100
	Glycerine	5
15	Extrait de Saw palmetto, Epilobium and Pumpkin (ARP 100 de Greentech)	5
	Extrait de bouton floral de capparispinosa	3

**REVENDEICATIONS**

- 1/ Extrait de boutons floraux de câprier susceptible d'être obtenu par extraction par fluide supercritique.
- 5
- 2/ Extrait selon la revendication 1, caractérisé en ce que les boutons floraux sont issus de l'espèce *Capparis spinosa*.
- 3/ Extrait selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le fluide
- 10 supercritique comprend du CO<sub>2</sub> et au moins un cosolvant.
- 4/ Extrait selon la revendication 3, caractérisé en ce que le co solvant est le myristate de 2-octyldodécyle (MOD).
- 15
- 5/ Extrait selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les boutons floraux frais sont préalablement séchés par air chaud, à pression atmosphérique, à une température comprise entre 25 et 90°C, préférentiellement 60°C, avant d'être broyés puis réhydratés.
- 20
- 6/ Extrait selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'extraction proprement dite est conduite à une température comprise entre 30 et 90°C, avantageusement égale à 50°C, à une pression comprise entre 73 et 350 bars, avantageusement, 290 bars, pendant une durée de 0.5 à 10 heures, avantageusement 5 heures.
- 25
- 7/ Extrait selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'il est ensuite traité par décantation puis filtré.
- 8/ Composition cosmétique, caractérisée en ce qu'elle contient l'extrait objet de l'une des
- 30 revendications 1 à 7.
- 9/ Composition cosmétique selon la revendication 8, caractérisée en ce que l'extrait représente entre 0.1 et 10% en poids de la composition, avantageusement entre 0.3 et 3% en poids.
- 35

- 10/ Composition cosmétique selon l'une des revendications 8 ou 9 caractérisée en ce qu'elle contient en outre au moins un actif choisi dans le groupe comprenant les dépigmentants, les émollients, les hydratants, les anti-séborrhéiques, les anti-acnéiques, les agents kératolytiques et/ou desquamants, les agents anti-rides et tenseurs, les agents drainants, les agents anti-irritants, les agents apaisants, les amincissants tels que les bases xanthiques (caféine), les vitamines et leurs mélanges, les agents matifiants, les actifs anti-âge tel que le retinol, les agents anti-rides, et les huiles essentielles.
- 10 11/ Composition cosmétique selon l'une des revendications 8 à 10, caractérisée en ce qu'elle contient en outre des filtres UVA et UVB choisis dans le groupe comprenant la benzophenone-3, le butyl methoxydibenzoyl methane, l'octocrylène, l'octyl methoxycinnamate, le 4-methylbenzylidene camphor, l'octyl salicylate, le tacephthalaldene dicamphor sulfanic acid, et le drométrizole trisiloxane

**Evaluation clinique****Figure 1****Auto-évaluation****Figure 2**

**BREVET D'INVENTION****CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235\*03

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis. rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

**DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S)** Page N° 1../2..(À fournir dans le cas où les demandeurs et  
les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DS 113 @ W / 270601

<b>Vos références pour ce dossier (facultatif)</b>		G52-B-21244 FR
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>		0604152
<b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)		
COMPOSITION COSMETIQUE A BASE D'EXTRAIT DE BOUTONS FLORAUX DE CAPRIER		
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b>		
GATTEFOSSE S.A.S. 36 Chemin de Genas 69800 SAINT PRIEST France		
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b>		
<b>1</b>	Nom	BONNET
	Prénoms	Estelle
Adresse	Rue	14 Rue de Bret
	Code postal et ville	[3 8 0 9 0] VILLEFONTAINE
Société d'appartenance (facultatif)		
<b>2</b>	Nom	GUICHON
	Prénoms	Alain
Adresse	Rue	37 Montée Gourguillon
	Code postal et ville	[6 9 0 0 5] LYON
Société d'appartenance (facultatif)		
<b>3</b>	Nom	CHARTON
	Prénoms	Virginie
Adresse	Rue	14 Rue d'Inkermann
	Code postal et ville	[6 9 1 0 0] VILLEURBANNE
Société d'appartenance (facultatif)		
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.		
<b>DATE ET SIGNATURE(S)</b> <b>DU (DES) DEMANDEUR(S)</b> <b>OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire)		
Le 16/04/2004 Bruno VUILLERMOZ. Mandataire		

**BREVET D'INVENTION****CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235\*03

## DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

**DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S)** Page N° 2.../2...

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 @ W / 270601

<b>Vos références pour ce dossier (facultatif)</b>		G52-B-21244 FR
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>		06 06 152
<b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)		
COMPOSITION COSMETIQUE A BASE D'EXTRAIT DE BOUTONS FLORAUX DE CAPRIER		
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b>		
GATTEFOSSE S.A.S. 36 Chemin de Genas 69800 SAINT PRIEST France		
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b>		
<b>1</b>	Nom	HUBICHE
	Prénoms	Vincent
Adresse	Rue	11 Rue de Montbrillant
	Code postal et ville	69003 LYON
Société d'appartenance (facultatif)		
<b>2</b>	Nom	LENNON
	Prénoms	Paula
Adresse	Rue	6 Boulevard des Belges
	Code postal et ville	69006 LYON
Société d'appartenance (facultatif)		
<b>3</b>	Nom	
	Prénoms	
Adresse	Rue	
	Code postal et ville	
Société d'appartenance (facultatif)		
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.		
<b>DATE ET SIGNATURE(S)</b> <b>DU (DES) DEMANDEUR(S)</b> <b>OU DU MANDATAIRE</b> <b>(Nom et qualité du signataire)</b>		
Le 16/04/2004 Bruno VUILLERMOZ, Mandataire		

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.